

Ref #	Hits	Search Query	DBs	Default Operator	Plurals	Time Stamp
L1	1	(((hydrolyzed or hydrolysed) or (partially adj (hydrolyzed or hydrolysed))) and ((alkoxy or acyloxy) with silane) and hydrocarbon and (non with aromatic) and aromatic).CLM.	US-PGPUB	OR	ON	2005/07/08 12:10

[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)

End of Result Set



Generate Collection

Print

L1: Entry 1 of 1

File: JPAB

Nov 5, 1986

PUB-NO: JP361247756A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61247756 A

TITLE: ROOM TEMPERATURE-CURABLE ORGANOPOLYSILOXANE COMPOSITION

PUBN-DATE: November 5, 1986

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MIYAMA, MIYOJI

OKAWA, SUNAO

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TORAY SILICONE CO LTD

APPL-NO: JP60090729

APPL-DATE: April 26, 1985

US-CL-CURRENT: 524/264

INT-CL (IPC): C08L 83/06; C08K 13/06

## ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain the titled compsn. having excellent shelf stability under sealing conditions, by blending an organopolysiloxane, surface-treated silica, an alkoxysilane and a titanium xylate catalyst.

CONSTITUTION: A compsn. consists of 100 pts. wt. organopolysiloxane (A) contg. at least two silicon atoms attached to alkoxy groups per molecule and having a viscosity of 20~1,000,000 CP at 25°C, 5~50 pts. wt. surface-treated silica (B), 0.5~15 pts. wt. alkoxysilane (C) of the formula (wherein R1 is a monovalent hydrocarbon group; R2 is a monovalent hydrocarbon group, alkoxy-substd. hydrocarbon group; a is 0, 1) or partially hydrolyzate condensate thereof (C), and 0.1~10 pts. wt. titanium xylate catalyst (D). As component B, previously treated silica may be used. Alternatively, silica may be treated in the course of the preparation of the compsn. It is important that any surface-treating agent, by products formed during the treatment and any catalyst are not allowed to be left in the compsn. to greatly improve the shelf-stability of the compsn.

COPYRIGHT: (C)1986, JPO&amp;Japio

[Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-247756

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)11月5日

C 08 L 83/06  
 C 08 K 13/06  
 //(C 08 K 13/06  
 5:54  
 9:06)

7016-4J  
 6845-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑭ 発明の名称 室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

⑮ 特 願 昭60-90729

⑯ 出 願 昭60(1985)4月26日

⑰ 発 明 者 深山 美代治 市原市有秋台西1丁目6番地

⑱ 発 明 者 大 川 直 市原市有秋台西1丁目6番地

⑲ 出 願 人 トーレ・シリコーン株 東京都中央区日本橋室町2丁目8番地  
 式会社

## 明 細 書

## 3. 発明の詳細な説明

## 1. 発明の名称

室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

## 2. 特許請求の範囲

1(A) 25℃における粘度が20～1,000,000センチポイズであり、アルコキシ基結合のケイ素原子を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサン

10.0重量部

(B) 表面処理されたシリカ

5～50重量部

(C) 一般式  $R^1_a Si(OR^2)_{3-a}$ 

(式中、 $R^1$ は一価炭化水素基、 $R^2$ は一価炭化水素基またはアルコキシ基置換炭化水素基、 $a$ は0または1である。)で示されるアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物

0.5～15重量部

(D) チタンキシレート触媒

0.1～10重量部

からなる室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

## [産業上の利用分野]

本発明は、室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関するものであり、特に密封条件下での保存安定性に優れた室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関する。

## [従来技術とその解決すべき問題点]

従来、空気中の水分と接触することにより室温でエラストマー状に硬化する室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物は種々のタイプのものが公知であるが、とりわけアルコールを放出して硬化するタイプのもものは不快臭がないこと、金属類を腐食しないことが特徴となっており、電気・電子機器等のシーリング用、接着用、コーティング用に好んで使用されている。かかるタイプの代表例としては、特公昭39-27,643号公報が挙げられ、これには水酸基末端封鎖オルガノポリシロキサンとアルコキシシランと有機チタン化合物からなる組成物が開示されている。また、特開昭55-43,119号にはアルコキシシリル末端封鎖オルガノポリシロキサンとアルコキシシランとアルコキシチタンから

なる組成物が開示されている。しかしながら、これら組成物は密封条件下での保存安定性に問題があり、また、表面皮膜形成速度が遅いという欠点があった。

本発明は、前記した欠点を解消し、密封条件下での保存安定性に優れ、過酷な条件下で保存後も物性値の変化の少ないエラストマー状硬化物を与え、かつ、表面皮膜形成速度が早い室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物を提供することを目的とする。

【問題点の解決手段とその作用】

この目的は本組成物の基材となる成分にアルコキシ基を有するオルガノポリシロキサンを使用し、これに充填剤として表面処理されたシリカと触媒としてチタンキシレート化合物を使用することによって達成される。

すなわち、本発明は、

(A) 25℃における粘度が20～1,000,000センチポイズであり、アルコキシ基結合のケイ素原子を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサン

100重量部

素基またはアルコキシ基置換炭化水素基、 $R^2$ は一価炭化水素基、ハロゲン化炭化水素基およびシアノアルキル基から選ばれる基、 $Y$ は酸素原子または二価炭化水素基、 $b$ は少なくとも1好適には2または3、 $n$ は25℃における粘度が20～1,000,000センチポイズとなるような正数を表わす。)で表わされるアルコキシシリル基を末端に有する直鎖状オルガノポリシロキサンである。しかし、これだけに限定するものではなく、直鎖状を基本構造とし、これに分岐状、環状または網状部分を有するオルガノポリシロキサンも使用できる。

一般式(1)で表わされるオルガノポリシロキサンにおいて、一価炭化水素基の例としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシル、オクチル、デシル、オクタデシルなどのアルキル基、シクロペンチル、シクロヘキシルなどのシクロアルキル基、ビニル、アリルなどのアルケニル基、フェニル、トリル、ナフチルなどのアリール基、ベンジル、フェニルエチル、フェニルプロピルなどのアラール基などがあげられ、ハロゲン化炭化水素基としてはクロロメチ

(B) 表面処理されたシリカ

5～50重量部

(C) 一般式  $R^1_a Si(OR^2)_{4-a}$

(式中、 $R^1$ は一価炭化水素基、 $R^2$ は一価炭化水素基またはアルコキシ基置換炭化水素基、 $a$ は0または1である。)で示されるアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物

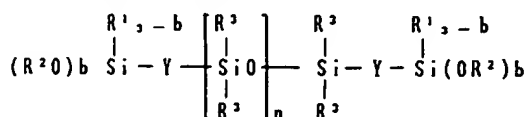
0.5～15重量部

(D) チタンキシレート触媒

0.1～10重量部

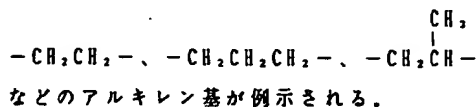
からなる室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に関する。

本発明に使用される(A)成分は、本組成物の基材となるものであり、改善された保存安定性を得るためにはアルコキシ基結合のケイ素原子を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサンであることが必要である。好ましい(A)成分は一般式(1)



(式中、 $R^1$ は一価炭化水素基、 $R^2$ は一価炭化水

素基、トリフロロメチル、クロロプロピル、3,3,3-トリフロロプロピル、クロロフェニル、ジブロモフェニル、テトラクロロフェニル、ジフルオロフェニル基などが例示され、シアノアルキル基としてはβ-シアノエチル、γ-シアノプロピル、β-シアノプロピル基などが例示される。また、 $R^2$ としてはメチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシル、オクチルなどのアルキル基、メトキシエチル、エトキシエチル、メトキシプロピル、メトキシブチルなどのアルコキシ基置換アルキル基が例示される。 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ はそれぞれ炭素原子数1～3を持つことが好適であり、さらに好適にはメチル基である。 $Y$ は、酸素原子または二価炭化水素基であり、二価炭化水素基としては



(A)成分の25℃での粘度は20～1,000,000センチポイズの範囲であり、これは20センチポイズより小さいと硬化後のエラストマーに優れた物理的性質、特に柔軟性と高い

伸びを与えることができないためであり、また、1,000,000センチボイズより大きいと組成物の粘度が高くなり、施工時の作業性が著しく悪くなるためである。従ってより好ましくは100~500,000センチボイズの範囲である。

本発明の目的である改善された保存安定性を有する組成物を得るためには(A)成分の分子鎖末端はアルコキシシリル化されている必要があり、室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に通常使用されるシラノール基末端オルガノポリシロキサンを使用した場合、十分な保存安定性が得られない。

(A)成分のアルコキシシリル化末端オルガノポリシロキサンの製造方法は従来公知の種々の方法で製造される。例えば、一般式(1)中のYが酸素原子の場合には、対応するシラノール基末端オルガノポリシロキサンとアルコキシシランから、触媒の不在または存在下で縮合させることにより製造される。使用される触媒にはアミン、カルボン酸および亜鉛、錫、鉄などの金属カルボン酸塩などがある。縮合反応を触媒

不在下で行なう時は、反応混合物をアルコキシシランの還流温度に加熱することが好ましく、触媒を使用する時は室温からアルコキシシランの還流温度までの範囲で実施できる。

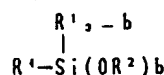
縮合反応におけるアルコキシシラン/SiOHのモル比は少なくとも1、好ましくは5~15の範囲を使用すべきである。本質的に必要ではないが、副生物のアルコールは除去することが好ましい。

(A)成分のアルコキシシリル化末端オルガノポリシロキサンを製造する他の縮合反応方法には、対応するシラノール基末端オルガノポリシロキサンと、式 $R^1-SiCl_2(OR^2)_2$ -(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ は前記と同じ、 $\kappa$ は0、1または2)で示されるクロロシランをヒリジン、 $\alpha$ -ピコリンまたはその他の第3級アミンなどのハロゲン化水素受容体の存在下において反応させる方法や、また、ケイ素原子に結合するハロゲンを分子鎖末端に有するオルガノポリシロキサンと式 $R^2OH$  ( $R^2$ は前記と同じ)で示される一価のアルコールを上述のハロゲン化水素受容体の存在下に縮合反応させる方法などがある。

また、一般式(1)中のYがアルキレン基の場合には、対応するアルケニル基末端オルガノポリシロキサンと式



(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ および $b$ とも前記と同じ。)で示されるアルコキシシランをPt触媒存在下で付加反応させるか、または対応するSiH末端オルガノポリシロキサンと式



(式中、 $R^1$ は、アルケニル基であり、 $R^1$ 、 $R^2$ および $b$ は前記と同じ。)との付加反応などにより(A)成分を製造することができる。

本発明に使用される(B)成分である表面処理されたシリカは、本組成物に改善された保存安定性を与えるとともに、適度な粘性、ゴム物性を付与するための必須成分である。

シリカの表面処理剤としては、オルガノシラザン類、オルガノシクロシロキサン類、オルガノクロロシラン類、オルガノアルコキシシラン類、低分子量の直鎖状シロキサン類など、従来

シリカの疎水化処理剤として公知の有機ケイ素化合物で処理することが好ましい。無処理のシリカを使用した時には、本発明の目的とする保存安定性の良好な組成物が得られない。シリカとしては本組成物の保存安定性の点および適度な粘性の付与、ゴム物性の付与、含水量などの点から乾式シリカが好ましい。

(B)成分は、予め処理されたシリカを使用しても良く、また本組成物の製造時に処理しても良い。本組成物の保存安定性を大幅に改善するためには表面処理剤、処理時の副生成物および触媒などが本組成物中に実質的に残留しないようにすることが重要である。

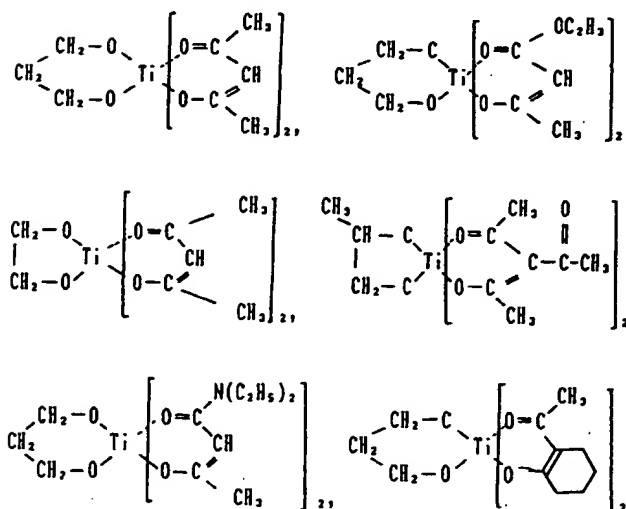
(B)成分の添加量は通常5~50重量部であるが、好ましくは7~30重量部である。多すぎると組成物の粘度が上がり過ぎて混合および施工時の作業性が悪くなり、また、少なすぎると硬化後のゴム物性が悪くなるからである。

本発明に使用される(C)成分は、本組成物の架橋剤として作用し、組成物が硬化してゴム弾性体となるための成分である。これには一般式 $R^1-Si(OR^2)_3$ -(式中、 $R^1$ は一価炭化水素基ま

たはアルコキシ基置換炭化水素基、aは0または1である。一価炭化水素基およびアルコキシ基置換炭化水素基は(A)成分の説明で挙げたものと同様のものが例示される。)で示されるアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物が使用される。

(C)成分の具体例としては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルセロソルブオールソリケートなどの4官能アルコキシシラン類、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシエトキシシランなどの3官能アルコキシシラン類およびその部分加水分解縮合物などが挙げられる。これらは単独で用いてもよく、また2種以上を混合しても良い。また、硬化後のゴム弾性体に低モジュラス性を付与するために、ジフェニルジメトキシシラン、ジメチルジメトキシシランなどの2官能アルコキシシラン類を付加的に添加しても良い。

(C)成分の添加量は、(A)成分100重量部



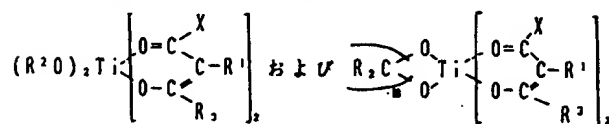
などが例示される。

(D)成分の添加量は(A)成分100重量部に対して0.1~10重量部の範囲であり、好ましくは0.3~6重量部の範囲である。添加量が少な過ぎると本組成物の硬化が遅くなり、多過ぎると硬化が早すぎたり、保存安定性が悪くなるためである。

本発明の組成物は前記した(A)~(D)成分の

に対して通常0.5~15重量部の範囲であり、好ましくは1~10重量部の範囲である。添加量が少な過ぎると組成物が十分に硬化しなかったり、1包装化して保存中に増粘・ゲル化し易くなり、また、多過ぎると硬化が遅くなったり、経済的に不利益となるからである。

本発明に使用される(D)成分は、本組成物を硬化せしめるための触媒であり、本組成物の改善された保存安定性を得るためにはチタンキレート触媒であることが必要である。チタンキレート触媒としては、一般式



(Xは一価炭化水素基、アルコキシ基、アミノ基から選ばれる基を表わし、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>は前記と同じである。)から選ばれた少なくとも1種のチタンキレート触媒であることが好ましい。

(D)成分の具体例は、ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン、ジイソプロポキシビス(アセチルアセトン)チタン、ジブトキシビス(アセト酢酸メチル)チタンや

他に、さらに必要に応じて、硬化前の流れ特性を改善し、硬化後のゴム状弾性体に必要な機械的性質を付与するために、微粉末状の無機質充填剤を添加することもできる。無機質充填剤としては石英微粉末、炭酸カルシウム、煙霧質二酸化チタン、けいそう土、水酸化アルミニウム、微粒子状アルミナ、マグネシア、酸化亜鉛、炭酸亜鉛およびこれらをシラン類、シラザン類、低重合度シロキサン類、有機化合物などで表面処理したものなどが例示される。

さらに、本発明の組成物には有機溶剤、防カビ剤、難燃剤、耐熱剤、可塑剤、チクソ性付与剤、接着促進剤、硬化促進剤、顔料などを添加することができる。

本発明の組成物は、(A)~(D)成分および必要に応じて各種添加剤を、湿気を遮断した状態で混合することにより得られる。得られた組成物は密閉容器中でそのまま保存し、使用時に空气中の水分にさらすことによりゴム状弾性体に硬化する、いわゆる1包装型室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物として用いることができる。

## 【実施例】

以下、本発明を実施例によって説明する。実施例、比較例および参考例において部とあるのはいずれも重量部を意味し、粘度は25℃における値である。

## 参考例1

粘度が15,000センチボイズの $\alpha$ , $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサン100部と、メチルトリメトキシシラン7.5部とを、還流冷却器を取り付けた反応器に投入し、攪拌しながら140℃で12時間加熱した。その後20mmHgの減圧下で120℃に加熱し、副生したメタノールと余剰のメチルトリメトキシシランとを留去した。

得られたポリマは粘度が15,500センチボイズであり、テトラブチルチタネートと100:1の比率で混合したところ、直ちには増粘せず、1日後には硬化した。このことからポリマ末端のOH基が

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{OSi}(\text{OCH}_3)_2 \end{array} \quad \text{基で}$$

置換されたことが確認できる。このポリマをポリマAとする。

から70℃で6時間加熱した。その後20mmHgの減圧下で95℃に加熱し、副生したメタノールと余剰のメチルトリメトキシシランおよびエチレンジアミンを留去した。

得られたポリマは粘度が13,000センチボイズであり、テトラブチルチタネートと100:1の比率で混合したところ、直ちには増粘せず、1日後には硬化した。このことからポリマ末端のOH基が

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{OSi}(\text{OCH}_3)_2 \end{array} \quad \text{基で}$$

置換されたことが確認できる。このポリマをポリマCとする。

## 実施例1

ポリマA100部、BET法による比表面積が110m<sup>2</sup>/gでジメチルジクロロシランで表面処理された乾式シリカ15部を均一になるまで混合した。この混合物にメチルトリメトキシシラン5部およびジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン1.5部を湿気遮断下で均一になるまで混合した。これをアルミチューブに取り出し密封した。

上記で得られた組成物で厚さ3mmのシートを

## 参考例2

粘度が10,000センチボイズの $\alpha$ , $\omega$ -ジメチルビニルジメチルポリシロキサン100部と、メチルジメトキシシラン7部および触媒として塩化白金酸の1%イソプロパノール溶液1部を添加し、N<sub>2</sub>気流下で室温で9時間混合した。その後10mmHgの減圧下で50℃に加熱して、余剰のメチルジメトキシシランを留去した。

得られたポリマは粘度が9600センチボイズであり、テトラブチルチタネートと100:1の比率で混合したところ、直ちには増粘せず、1日後には硬化した。このことからポリマ末端のビニル基にメチルジメトキシシランが付加したことが確認できる。このポリマをポリマBとする。

## 参考例3

粘度が12,000センチボイズの $\alpha$ , $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサン100部と、メチルトリメトキシシラン10部および触媒としてエチレンジアミン0.4部とを、還流冷却器を取り付けた反応器に投入し、攪拌しな

作成し、室温で7日間硬化させ、JIS-K6301に準じてゴム物性(硬さ、引張り強さ、伸び)を測定した。結果を第1表に示す。次いでアルミチューブに密封した本組成物を50℃のオープンに8週間保管後、上記と同様にしてゴム物性を測定した。この結果も併せて第1表に示す。

## 比較例1

実施例1において、ジメチルジクロロシランで処理された乾式シリカの代わりに無処理の乾式シリカ12部(15部では混合が困難となるため)を使用した以外は実施例1と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して、実施例1と同様の試験を行なった結果を第1表に示す。

## 比較例2

実施例1において、ポリマAの代わりに粘度が15,000センチボイズの $\alpha$ , $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサン(ポリマAの前駆体)100部を使用した以外は実施例1と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例1と同様の試験を行なった結果を

第1表に示す。

### 比較例3

実施例1において、ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタンの代わりにテトラブチルチタネート1.5部を使用した以外は実施例1と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例1と同様の試験を行なった結果を第1表に示す。

第1表

組成と物性	実施例	比較例		
		1	2	3
(A) ポリマA (部)	100	100	—	100
ポリマAの前駆体 (部)	—	—	100	—
(B) ジメチルジクロロシラン処理シリカ (部)	15	—	15	15
無処理シリカ (部)	—	12	—	—
(C) ノチルトリメトキシシラン (部)	5	5	5	5
(D) ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン (部)	1.5	1.5	1.5	—
テトラブチルチタネート (部)	—	—	—	1.5
初期特性				
指触乾燥時間 (分)	10	120	30	30
かたさ (JIS-A)	38	32	29	36
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	27	30	25	27
伸び (%)	340	400	350	350
50℃/8週間保存後				
指触乾燥時間 (分)	10	240	60	硬
かたさ (JIS-A)	38	22	19	化
引張り強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	26	19	14	せ
伸び (%)	320	360	260	ず

### 実施例2

ポリマA100部、BET法による比表面積が200m<sup>2</sup>/gでヘキサメチルジシラザンで表面処理された乾式シリカ20部を室温で30分間混合し、更に180℃に加熱しながら40mmHgの減圧下で均一になるまで混合した。この混合物にメチルトリメトキシシラン6部およびジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン1.5部を湿気遮断下で均一になるまで混合した。これをアルミチューブに取り出し密封した。得られた組成物で実施例1と同様の試験を行なった結果を第2表に示す。

### 実施例3

ポリマC100部、BET法による比表面積が110m<sup>2</sup>/gであり、ジメチルジクロロシランで表面処理された乾式シリカ15部とを均一になるまで混合した。この混合物にフェニルトリメトキシシラン5部とジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン1.5部を、湿気遮断下で均一になるまで混合して組成物を調製した。この組成物を使用して、実施例1と同様の試験を行なった結果を第2表に示す。

### 比較例4

実施例2において、ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタンの代わりに、テトラブチルチタネート1.5部を使用した以外は実施例2と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例2と同様の試験を行なった結果を第2表に示す。

### 比較例5

実施例3において、ジメチルジクロロシランで表面処理された乾式シリカの代わりに、無処理の乾式シリカを12部(15部では混合が困難となるため)使用した以外は実施例3と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例3と同様の試験を行なった結果を第2表に示す。



第 2 表

組成と物性	実 施 例		比 較 例	
	2	3	4	5
(A) ポリマA (部)	100	—	100	—
ポリマC (部)	—	100	—	100
(B) ヘキサメチルジシラザン処理シリカ (部)	20	—	20	—
ジメチルジクロロシラン処理シリカ (部)	—	15	—	—
無処理シリカ (部)	—	—	—	12
(C) メチルトリメトキシシラン (部)	6	—	8	—
フェニルトリメトキシシラン (部)	—	5	—	5
(D) ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン (部)	1.5	1.5	—	1.5
テトラブチルチタネート (部)	—	—	1.5	—
初期特性				
指 触 乾 燥 時 間 (分)	20	30	60	90
か た さ (JIS-A)	40	34	37	33
引 張 り 強 さ (kg/cm <sup>2</sup> )	44	35	30	37
伸 び (%)	400	430	330	410
50℃/8週間保存後				
指 触 乾 燥 時 間 (分)	20	30	120	180
か た さ (JIS-A)	36	32	27	20
引 張 り 強 さ (kg/cm <sup>2</sup> )	46	32	20	17
伸 び (%)	440	420	240	320

ミチューブに取り出し密封した。得られた組成物で実施例1と同様の試験を行なった結果を第3表に示す。

## 比較例 6

実施例4において、ジメチルクロロシランで表面処理された乾式シリカの代わりに、無処理の乾式シリカを12部(15部では混合が困難となるため)を使用した以外は実施例4と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例4と同様の試験を行なった結果を第3表に示す。

## 比較例 7

実施例4において、ジイソプロポキシビス(アセチルアセトン)チタンの代わりに、テトラブチルチタネート2部を使用した以外は実施例4と同様の手法で組成物を調製した。この組成物を使用して実施例4と同様の試験を行なった結果を第3表に示す。

## 実施例 6

実施例5において、ポリマAの代わりに粘度が15,000センチポイズの $\alpha$ , $\omega$ -ジヒドロキシジメチルポリシロキサン100部を使用

## 実施例 4

ポリマB100部と、BET法による比表面積が110<sup>m<sup>2</sup></sup>/gでジメチルジクロロシランで表面処理された乾式シリカ15部を均一に混合し、これにメチルトリメトキシシラン5部とジイソプロポキシビス(アセチルアセトン)チタン2部を湿気遮断下で均一になるまで混合して組成物を調製した。この組成物を使用して実施例1と同様の試験を行なった結果を第3表に示す。

## 実施例 5

ポリマA100部、BET法による比表面積が200<sup>m<sup>2</sup></sup>/gの無処理乾式シリカ15部およびビニルトリメトキシシラン10部を室温で30分間混合し、ついで180℃で1時間熱処理して、無処理乾式シリカの表面を処理した後、加熱したまま30<sup>mmHg</sup>の減圧下で副生するメタノールおよび過剰のビニルトリメトキシシランを留去した。この混合物にメチルトリメトキシシラン4部およびジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタンを1部添加して、湿気遮断下で均一になるまで混合した。これをアル

した以外は実施例5と同様の手法で組成物を調製し、試験を行なった結果実施例5とほぼ同等の物性値が得られた。混合時に加熱処理することによって、ポリマ末端のアルコキシ化と無処理シリカの表面処理を同時に行なっても同様の結果が得られる。

第 3 表

組成と物性	実施例		比較例	
	4	5	8	7
(A) ポリマ A (部)	—	100	—	—
ポリマ B (部)	100	—	100	100
(B) ジメチルジクロロシラン処理シリカ (部)	15	—	—	15
ビニルトリメトキシシラン処理シリカ (部)	—	15	—	—
無処理シリカ (部)	—	—	12	—
(C) ノチルトリメトキシシラン (部)	5	4	5	5
(D) ジイソプロポキシビス(アセチルアセトン)チタン (部)	2	—	2	—
ジイソプロポキシビス(アセト酢酸エチル)チタン (部)	—	1	—	—
テトラブチルチタネート (部)	—	—	—	2
初期特性				
指 触 乾 燥 時 間 (分)	60	5	240	120
か た さ (JIS-A)	30	38	27	36
引 張 り 強 さ (kg/cm <sup>2</sup> )	22	32	19	27
伸 び (%)	320	350	340	290
50℃/8週間保存後				
指 触 乾 燥 時 間 (分)	60	10	380	240
か た さ (JIS-A)	29	34	19	23
引 張 り 強 さ (kg/cm <sup>2</sup> )	20	28	14	19
伸 び (%)	310	350	230	240

## 〔発明の効果〕

本発明の組成物は、従来の1包装型脱アルコールタイプの室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に比べ、密封条件下での保存安定性に優れ、過酷な条件下で保存後も物性値の変化の少ないエラストマー状硬化物を与え、かつ、表面皮膜形成速度が早いという特徴を有する。従って、例えば室温で保存時の温度変化に対処しなくてもよい等の取り扱いが容易であり、また、副生物がアルコールであるため臭いも殆どなく、金属やプラスチックを侵すことがないので、建築用シーリング材として、電気・電子部品の封止材、接着剤や防湿用コート剤として、繊維製品、ガラス製品、金属製品、プラスチック製品等のコーティング剤や接着剤として有用である。

特許出願人 トーレ・シリコン株式会社

## 手 続 補 正 書

昭和60年 6月21日

特許庁長官 志 賀 学 殿

## 1. 事件の表示

昭和60年特許願第 90729号

## 2. 発明の名称

室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

郵便番号 103

住 所 東京都中央区日本橋室町2丁目8番地

名 称 トーレ・シリコン株式会社

代表取締役社長 莊 原 潔  
(連絡先 電話0436-21-3101特許部)

## 4. 補正命令の日付

自 発

## 5. 補正により増加する発明の数

な

し  
方  
式  
審  
査

## 6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」の欄および

「発明の詳細な説明」の欄

## 7. 補正の内容

明 細 書 中

(1)「特許請求の範囲」の項

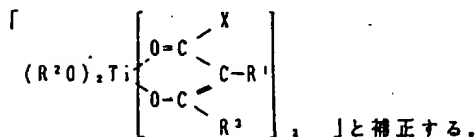
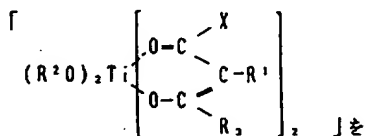
別紙のとおり補正する。

(2)第3頁15行および第4頁9行

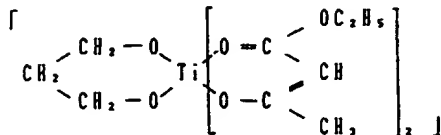
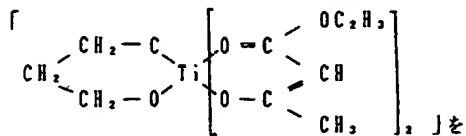
「チタンキシレート」を「チタンキレート」

と補正する。

(3)第12頁左側の一般式

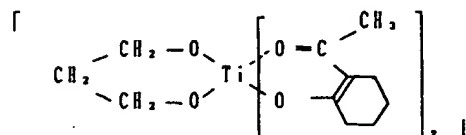
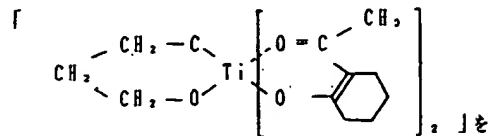


(4) 第13頁化学構造式の上段右側の式



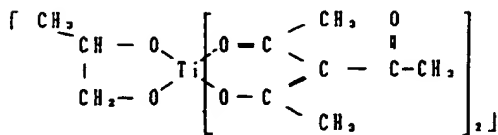
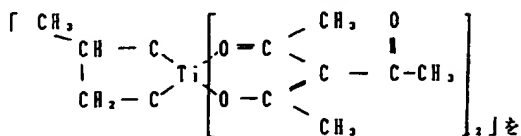
と補正する。

(6) 第13頁化学構造式の下段右側の式



と補正する。

(5) 第13頁化学構造式の中段右側の式



と補正する。

別紙

## 2. 特許請求の範囲

「1(A) 25℃における粘度が20～1,000,000センチポイズであり、アルコキシ基結合のケイ素原子を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサン

100重量部

(B) 表面処理されたシリカ

5～50重量部

(C) 一般式  $\text{R}^1\text{aSi}(\text{OR}^2)_{4-a}$

(式中、 $\text{R}^1$ は一価炭化水素基、 $\text{R}^2$ は一価炭化水素基またはアルコキシ基置換炭化水素基、 $a$ は0または1である。)で示されるアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物

0.5～15重量部

(D) チタンキレート触媒

0.1～10重量部

からなる室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。」